

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-29847

(P2002-29847A)

(43)公開日 平成14年1月29日 (2002.1.29)

(51) Int.Cl.
C 0 4 B 35/584
F 1 6 C 33/32

識別記号

F I
F 1 6 C 33/32
C 0 4 B 35/58

テ-マコト(参考)
3 J 1 0 1
1 0 2 F 4 G 0 0 1
1 0 2 K

審査請求 未請求 請求項の数9 O.L (全9頁)

(21)出願番号 特願2000-210965(P2000-210965)

(22)出願日 平成12年7月12日 (2000.7.12)

(71)出願人 000003078
株式会社東芝
東京都港区芝浦一丁目1番1号
(72)発明者 高尾 実
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内
(72)発明者 武浪 幸宏
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内
(74)代理人 100083161
弁理士 外川 英明

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 窒化珪素焼結体およびそれを用いた摺動部材並びにペアリングボール

(57)【要約】

【課題】 ハードディスクドライブ等の電子機器用摺動部材並びにペアリングボールに用いた場合に、静電気による不具合を無くすと共に高速回転を行った際の摩擦熱を効率よく放熱することができる窒化珪素焼結体を提供する。

【解決手段】 導電性付与粒子を直線距離 $30\mu m$ 中に5～20個含有した窒化珪素焼結体。また、焼結体中の導電性付与粒子の大きさ並びに導電性付与粒子同士の凝集部の大きさを特定することにより、強度および転がり寿命を向上させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 任意の直線距離 $30\mu\text{m}$ における導電性付与粒子の数が5~20個であり電気抵抗値が $10^7\sim10^2\Omega\cdot\text{cm}$ であることを特徴とする窒化珪素焼結体。

【請求項2】 該導電性付与粒子が任意の直線距離 $30\mu\text{m}$ 中に3~30%存在することを特徴とする請求項1記載の窒化珪素焼結体。

【請求項3】 該導電性付与粒子が4a族、5a族、6a族、7a族元素、珪素、硼素の炭化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種以上からなることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の窒化珪素焼結体。

【請求項4】 該導電性付与粒子の最大径が $4\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の窒化珪素焼結体。

【請求項5】 該導電性付与粒子同士の凝集部の最大径が $10\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれかに記載の窒化珪素焼結体。

【請求項6】 热伝導率が $40\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 以上であることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれかに記載の窒化珪素焼結体。

【請求項7】 請求項1ないし請求項6のいずれかに記載の窒化珪素焼結体を用いたことを特徴とする摺動部材。

【請求項8】 任意の直線距離 $30\mu\text{m}$ における導電性付与粒子の数が5~20個であると共に電気抵抗値が $10^7\sim10^2\Omega\cdot\text{cm}$ である窒化珪素焼結体からなることを特徴とするペアリングボール。

【請求項9】 ベアリングボールが電子機器に用いるためのものであることを特徴とする請求項8記載のペアリングボール。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、適度な電気抵抗値を有する窒化珪素焼結体、またはそれを用いた摺動部材並びにペアリングボールに関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、ハードディスクドライブ(HDD)等の磁気記録装置、光ディスク装置またはDVD、モバイル製品、各種ゲーム機器などの発達は目覚しいものがある。これらは通常、スピンドルモータ等の回転駆動装置により回転軸を高速回転させることにより各種ディスクドライブを機能させている。従来、このような回転軸を支えるペアリング(軸受)部材、特にペアリングボールには軸受鋼等の金属が用いられていた。しかしながら、軸受鋼等の金属は耐摩耗性が十分ではないことから、例えば前記電子機器等のように $5,000\text{rpm}$ 以上の高速回転が要求される分野においては寿命のバラツキが大きく信頼性のある回転駆動を提供できずにいた。このような不具合を解決するために近年はペアリングボールに窒化珪素を用いることが試みられるようになっていた。窒

化珪素はセラミックスの中でも摺動特性に優れることから耐摩耗性は十分であり、高速回転を行ったとしても信頼性のある回転駆動を提供することができていることが確認されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、窒化珪素製ペアリングボールは電気的に絶縁物であることから高速回転を行った際に発生する静電気を軸受鋼等の金属部材により作製された回転軸部、ボール受け部(いわゆるペアリングボール以外のペアリング部材の構成要素)に上手く静電気が発散されないと言った問題が発生してしまったことが分かった。このように静電気が上手く発散されず必要以上に帯電してしまうと電子機器、例えばハードディスクドライブ等のように磁気的信号を用いる記録媒体に悪影響を与えてしまい、その結果ハードディスク等の電子機器そのものを破壊してしまうと言った現象が起きていた。さらに、ハードディスクドライブの小型化、高容量化に伴い回転数も 8000rpm 、さらには $10,000\text{rpm}$ 以上とさらなる高速回転が要求されている。このような高速回転が行われるとペアリングボールは摺動により加熱される。このとき従来の窒化珪素製ペアリングボールでは熱伝導率が $20\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 程度と低く摩擦熱を上手く発散できずにいた。この放熱性の観点は高速回転になればなるほど問題となり、特に高速回転を長時間行うことに対しての対応は十分ではなかった。

【0004】 一方、従来から電気抵抗値が $10^{-3}\Omega\cdot\text{cm}$ 程度を示す低電気抵抗の窒化珪素焼結体は存在している。このような窒化珪素焼結体は主に切削工具などに使われているが、低電気抵抗を実現するために炭化物などの導電性付与粒子を多量に添加させねばならない。多量の導電性付与粒子を添加した窒化珪素焼結体は確かに電気抵抗値は下がるもの、多量に添加された導電性付与粒子どうしが凝集し易く、凝集粒子が多数窒化珪素焼結体中に分散され易くなってしまう。例えば、ペアリングボールのように常に全体から圧縮荷重を受けるような用途においては、このような凝集粒子が多数あるとそこから亀裂が入り易く摺動特性が劣化してしまう。従って、ペアリングボールのように全体から圧縮荷重を受けながら使用されるものにおいては凝集粒子があり多くない方が好ましい。本発明は上記したような問題を解決するためになされたものであって、所定の電気抵抗値を有し、導電性付与粒子の分散状態を制御した導電性を有する窒化珪素焼結体を提供することを目的とする。さらにこのような導電性を有する窒化珪素焼結体を、ハードディスク等の電子機器用摺動部材、例えばペアリングボールに適用することにより必要以上に静電気が帯電することを防止することができる。また、熱伝導率が $40\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 以上であるため摺動の際の熱を効率よく発散できることから電子機器用摺動部材に適している。従って、本発明においては導電性を有する窒化珪素焼結体を用いた摺動部材並

びにペアリングボールを提供することも目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明では上記目的を為し得るために、窒化珪素焼結体中に存在する導電性付与粒子の分散状態を特定、具体的には窒化珪素焼結体中の任意の直線距離 $30\mu m$ における導電性付与粒子の数を5~20個にすることを見い出した。また、任意の直線距離 $30\mu m$ における導電性付与粒子の割合は3~30%であることが好ましい。

【0006】この導電性付与粒子は4a族、5a族、6a族、7a族元素、珪素、硼素の炭化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種以上からなることが好ましく、さらに好ましくはタンタル、チタン、ニオブ、タングステン、珪素、硼素の炭化物の少なくとも1種以上である。また、導電性付与粒子の最大径が $4\mu m$ 以下であることが好ましく、さらに導電性付与粒子同士の最大径が $10\mu m$ 以下であることが好ましい。また、熱伝導率が $40W/m \cdot K$ 以上であることが好ましい。

【0007】このような窒化珪素焼結体を、摺動部材、例えばペアリングボールに適用すると特に効果的である。特に電子機器用の摺動部材、例えばハードディスクドライブ等の電子機器の回転駆動に適用するペアリングボールの場合、回転駆動に伴い発生する静電気を必要以上に帯電することを防止できると共に、熱伝導率が高いことから放熱性も優れている。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について説明する。本発明の窒化珪素焼結体は、導電性付与粒子の分散状態に関し任意の直線距離 $30\mu m$ における導電性付与粒子の数が5~20個としている。この導電性付与粒子の数え方は、まず任意の表面もしくは断面の拡大写真を取り、その写真に対して任意に $30\mu m$ に相当する直線（太さ $0.5mm$ 以下）を引き、その直線上に存在する導電性付与粒子をカウントする。

【0009】拡大写真については2000倍（ $50\mu m$ を $10cm$ で表示）以上が好ましく、この程度もしくはそれ以上の倍率において窒化珪素焼結体の表面または断面を観察した場合、直線距離 $30\mu m$ に相当する長さの直線を引くとき線径 $0.5mm$ 以下であれば導電性付与粒子の数を数える上で、直線上に触れる触れないの判断のバラツキが小さくなる。また、その窒化珪素焼結体中の導電性付与粒子の数を数える上で直線距離 $30\mu m$ あれば導電性付与粒子の数のバラツキが少ないとから本発明では直線距離 $30\mu m$ を適用した。

【0010】また、窒化珪素焼結体中の直線距離 $30\mu m$ 中の導電性付与粒子の数の測定場所については後述する均一混合を用いているのであれば導電性付与粒子が均一混合されていることから簡易的に表面1ヶ所のみの測定であっても問題はないが、通常、焼結体の表面2ヶ所、断面2ヶ所合計4ヶ所について単位面積 $50\mu m \times 50\mu m$

に相当する場所を選び、各測定個所の拡大写真に対して直線距離 $30\mu m$ に相当する線径 $0.5mm$ 以下の直線を引きその線に接触する導電性付与粒子の数を測定し該4ヶ所の平均値で示すことが好ましい。

【0011】拡大写真については特に限定されるものではないが、電子顕微鏡、XDS、EPMAなどが一般的でありカラーマッピング処理を行うと導電性付与粒子を判断し易くなる。なお、拡大写真にて判断するときペアリングボールのように球面状を写真にとると写真の端部が湾曲して写るため正確に表面の導電性付与粒子の存在状態を示さないことが考えられるが単位面積 $50\mu m \times 50\mu m$ のように微小な範囲を撮影する上ではこの問題は考慮しなくても実質的に問題はない。

【0012】このとき導電性付与粒子は直線上に存在すればカウントされるため、必ずしも導電性付与粒子の中心部が線上になければいけないわけではない。従って、導電性付与粒子の端部が直線上に触れているものはすべて直線距離 $30\mu m$ における導電性付与粒子の数に含まれるものとする。

【0013】導電性付与粒子が任意の直線距離 $30\mu m$ における数が4個以下である場合は、(1)導電性付与粒子の含有量が少ないか(2)導電性付与粒子1個の最大径が極端に大きいものを添加した状態を示す。例えば、(1)の含有量が少ない場合では窒化珪素焼結体の電気抵抗値があまり下がらず、導電性付与粒子を添加する効果が十分得られない。また、(2)の場合では例えば直線距離 $30\mu m$ 中の導電性付与粒子の数は2個になるケースとして $10\mu m$ の導電性付与粒子を含有している形態が考えられるが、このような形態では実質的に窒化珪素焼結体の中に導電性付与粒子の量が多くなりすぎ窒化珪素焼結体が本来持つ耐摩耗性や強度の良さをいかせなくなる。

【0014】一方、任意の直線距離 $30\mu m$ 中の導電性付与粒子の数が21個以上の場合には、(3)非常に細かい粒子を多数添加しているか(4)焼結体を構成している成分のほとんどが導電性付与粒子である状態を示している。(3)の状態では確かに所定の電気抵抗値は得られるものの添加された導電性付与粒子が小さすぎるため、例えばペアリングボールに加工する際または加工後にペアリングボールとして使用する際に導電性付与粒子の脱粒が起き易い。脱粒が起きると、クラックやボアの原因となってしまうため割れ・カケの原因となりペアリングボールの寿命を短くしてしまう。(4)の状態では(2)の状態と実質的に同じ状態となる。そのため、このような形態では実質的に窒化珪素焼結体の中に導電性付与粒子の量が多くなりすぎ窒化珪素焼結体が本来持つ耐摩耗性や強度の良さをいかせなくなる。

【0015】従って、任意の直線距離 $30\mu m$ 中の導電性付与粒子の数は5~20個がよく、好ましくは8~13個である。このような導電性付与粒子の分散状態を具備する窒化珪素焼結体は電気抵抗値を $10^7 \sim 10^2 \Omega \cdot cm$ となると共に

に、窒化珪素焼結体の持つ耐摩耗性や強度の良さをいかせることから摺動部材に適しており、特に電子機器用摺動部材、例えば電子機器用ベアリングボールに用いることにより回転駆動に伴う静電気を効率よく発散でき必要以上に帯電することを抑制することができる。

【0016】また、窒化珪素焼結体の持つ耐摩耗性等の特性の良さをいかすことによると窒化珪素中にあまりたくさんの導電性付与粒子が存在する状態は好ましくなく、直線距離 $30\mu\text{m}$ 上に3~30%の割合で導電性付与粒子が存在する状態であることが好ましい。前述の導電性付与粒子の数と併せてこのような割合で存在するのであれば窒化珪素焼結体の耐摩耗性等の各種特性を必要以上に低下させずに済む。

【0017】また、導電性付与粒子が所定の個数具備していたとしても導電性付与粒子の凝集部があまり大きいと窒化珪素焼結体の強度並びに耐摩耗性（摺動特性）を低下させてしまう。そのため導電性付与粒子同士の凝集部の最大径は $10\mu\text{m}$ 以下、さらには $5\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。なお、導電性付与粒子同士の凝集部とは、導電性付与粒子が直接接觸しているものおよび導電性付与粒子同士の距離が $0.2\mu\text{m}$ 以下のものを示すものとする。次に、導電性付与粒子の材質について説明する。導電性付与粒子の材質は窒化珪素焼結体の電気抵抗値を下げるができるものであれば特に限定されるものではないが、好ましくは4a族、5a族、6a族、7a族元素、珪素、硼素の炭化物、窒化物、硼化物の少なくとも1種以上からなる化合物であり、さらに好ましくはタンタル、チタン、ニオブ、タングステン、珪素、硼素の炭化物の少なくとも1種以上である。

【0018】本発明の窒化珪素焼結体は、例えばベアリングボールなどの摺動部材に使用されるため含有する導電性付与粒子も当然ながら窒化珪素焼結体と共に摺動される。このため、導電性付与粒子にもある程度の摺動特性は要求されることから前述の炭化物、窒化物、硼化物、特に炭化物が好適である。窒化珪素焼結体中に存在する導電性付与粒子の最大径が $4\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $2\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $0.3\sim1.2\mu\text{m}$ である。

【0019】本発明の導電性付与粒子の最大径とは個々の導電性付与粒子のサイズであり、窒化珪素焼結体の表面または断面の拡大写真を見たときの導電性付与粒子粒子の最も長い対角線を最大径とする。また、導電性付与粒子同士の凝集部の最大径についても同様の方法にて測定するものとする。

【0020】なお、直線距離 $30\mu\text{m}$ 中の導電性付与粒子の数を数える上では個々の粒子一つ一つをカウントするため、凝集部のように多数の粒子が集まったものは線上に存在する個々の粒子一つ一つをカウントするものとする。従って、例えば、直線距離 $30\mu\text{m}$ 中に最大径が $7\mu\text{m}$ の凝集粒子が1つと凝集していない導電性付与粒子粒子が1つ存在していた場合、導電性付与粒子の数は2個で

はなく、直線距離 $30\mu\text{m}$ 上に存在する該凝集粒子中の個々の粒子数をカウントすることになる。つまり、最大径 $7\mu\text{m}$ の凝集粒子が3つの導電性付与粒子の凝集体（もちろん3つとも $30\mu\text{m}$ の直線上に乗っている）だった場合、前述の凝集していない導電性付与粒子粒子1つと合せて直線距離 $30\mu\text{m}$ 上に存在する導電性付与粒子の数は合計4個とカウントすることになる。

【0021】前述のように本発明では任意の直線距離 $30\mu\text{m}$ 中における導電性付与粒子の数を規定したものである。このような形態を示す窒化珪素焼結体の電気抵抗値が $10^7\sim10^2\Omega\cdot\text{cm}$ であることが好ましい。本発明の窒化珪素焼結体は特に用途が限定されるものではないが、ハードディスクドライブなどの電子機器を回転駆動させるためのモータ機器に具備される摺動部材、例えばベアリングボールに用いることが最適である。

【0022】このとき電気抵抗値が $10^7\Omega\cdot\text{cm}$ を超えるようになるとベアリングボールの摺動時に発生する静電気の帶電を効率よく防ぐことが難しく、逆に $10^2\Omega\cdot\text{cm}$ 未満であると静電気の帶電を防ぐことは可能であるものの窒化珪素焼結体中に導電性付与粒子が大量に添加されている状態となり易くなるため窒化珪素焼結体が本来持つ耐摩耗性や強度の良さを十分いかせなくなるのであまり好ましくはない。

【0023】また、本発明の窒化珪素焼結体は導電性付与粒子を添加していることから熱伝導率 $40\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 以上と向上させることができ。本発明の窒化珪素焼結体は、主として電子機器用摺動部材に用いるものである。電子機器は、例えば半導体装置用基板を見て分かる通り、熱の問題は非常に重要である。このため、電子機器用の摺動部材であっても放熱性に優れていることは重要である。特に、ハードディスク等の電子機器の回転駆動に用いるベアリングボールを熱伝導率が $40\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 以上と放熱性に優れた本発明の窒化珪素焼結体で形成すると、前述の静電気の帶電を防止するだけでなく、回転駆動に伴う摩擦熱をも効率よく発散できるようになり、静電気の帶電防止および放熱性の両方の効果を得ることができる。

【0024】ベアリング部材の場合、回転軸およびボール受け部は軸受鋼等の金属部材で形成されていることが多く、摺動時の熱による変形等の問題は起き易い。特に電子機器においては回転速度が8,000rpm以上、さらには10,000rpm以上と高速回転化していく傾向にあり、従来より放熱性の問題は起き易くなっている。従って、熱伝導率の高い本発明の窒化珪素焼結体を用いたベアリングボールは電子機器に適しており、特に回転軸およびボール受け部が軸受鋼等の金属部材からなるベアリング部材に最適であると言える。

【0025】さらに、ベアリングボールの直径が3mm以下、さらには2mm以下であることが好ましい。本発明の窒化珪素焼結体は、熱伝導率が $40\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 以上と高いが、回転軸等を構成する金属部材と比較すると熱伝導率

という観点は劣ってしまう。そのため、放熱性という観点では窒化珪素製ペアリングボールは熱抵抗体となってしまうことから、直径が3mm以下、さらには2mm以下と小さくすることによりペアリング部材としての熱抵抗を下げることができる。

【0026】なお、ここまでは主に導電性付与粒子について説明してきたが本発明においては他の成分、例えば焼結助剤を添加してよいことは言うまでもない。焼結助剤としては一般的に使用されているものでよく、酸化イットリウム等の希土類化合物、酸化マグネシウム等の金属酸化物が好適である。また、酸化アルミニウムや窒化アルミニウム等のアルミニウム化合物、酸化チタン等の4a族金属化合物などを併用してもよい。添加量としては特に限定されるものではないが3~20wt%以下が好ましい。

【0027】次に製造方法について説明する。製造方法は直線距離30μm中における導電性付与粒子の数が5~20個である窒化珪素焼結体を得られるのであれば特に限定されるものではないが、例えば次のような方法がある。まず、窒化珪素粉末、焼結助剤、導電性付与粒子粉末を所定量均一混合した後、造粒、成形、脱脂、焼結する方法である。

【0028】特に、導電性付与粒子粉末の凝集を防ぐことが重要である。導電性付与粒子の凝集が起きると直線距離30μm中に20個を超えた部分ができ易くなると共に導電性付与粒子同士の凝集部の最大径が10μmを超え易くなってしまう。そのため例えば、1ロット分(総量約5kg)の原料粉末を混合するにあたり、各原料粉末をそれぞれ2分割以上、好ましくは3~5分割して比較的少量ずつ混合したものを最終的に1つに混ぜ合わせる方法が有効である。1ロット分で導電性付与粒子粉末の凝集粒子の少ない混合粉末が得られれば特に問題ではないが、このような場合において凝集粒子の少ない均一混合を行おうとすると混合時間が必要以上に長くなってしまうことが多く、必ずしも製造性が良いとは言えない。また、1度に大量に各原料粉末を混ぜ合わせると最終的な窒化珪素焼結体となったときに直線距離30μm中における導電性付与粒子の数が20個を超える場所ができ易くなる。

【0029】別の方法では、まず窒化珪素粉末および焼結助剤を混合する。その混合粉の中に導電性付与粒子粉末を添加する際、添加する導電性付与粒子粉末を数回に分けて添加する方法が有効である。例えば、導電性付与粒子粉末の添加量を2分割以上、好ましくは3~5分割し、1回目の添加を行い所定時間経過した後(30分以上が好ましい)2回目以降を順に添加する方法である。導電性付与粒子粉末を少量ずつ添加混合することにより導電性付与粒子粉末同士の凝集を防ぐことが可能となり直線距離30μm中における導電性付与粒子の数が5~20個かつ導電性付与粒子の凝集部の最大径が10μm以下であ

る窒化珪素焼結体を得易い。

【0030】このような方法によって原料粉末を均一混合すれば導電性付与粒子粉末同士の凝集を抑えることができる、仮に凝集部が存在したとしても窒化珪素焼結体中の導電性付与粒子の凝集部の最大径を10μm以下、好ましくは5μm以下にすることが可能となる。特に、直径3mm以下、さらには2mm以下の小型ペアリングボールを作製する場合は、導電性付与粒子の凝集粒子ができるだけなくすることが重要である。ペアリングボールが小型になればなるほど凝集部の影響を受け易いためである。

【0031】さらに、このような方法によれば均一混合が行われ易くなるため直線距離30μm中の導電性付与粒子の数のバラツキも少なくなり、1つの焼結体中でのバラツキが±5個程度になる。例えば、平均10個のものは1つの焼結体中ではおおむね5~15個の範囲に納まる。

【0032】各原料粉末の大きさは特に限定されるものではないが、窒化珪素粉末の平均粒径は0.2~3μm、焼結助剤は平均粒径3μm以下が好ましい。また、導電性付与粒子粉末のサイズは平均粒径3μm以下、好ましくは0.3~2μmである。導電性付与粒子粒子が0.3μm未満であるとペアリングボールに適用した場合、表面から脱粒し易くなる。一方、3μmを超えるとわずかな凝集だけで最大径が10μmを超えててしまうので好ましくない。さらには前述の最大径を制御し易いように平均粒径のバラツキが少ない例えば標準偏差1.5μm以下の粉末を用いることが好ましい。

【0033】さらにペアリングボールとしての摺動特性を損なわないためには前記サイズを満たしていたとしても導電性付与粒子粉末としてウイスカーや繊維を用いることは好ましくはなく、粒子状粉末を用いることが望ましい。ウイスカーや繊維は、その形状から表面にトゲのような凸部を有しておりペアリングボールの表面にこのようなものが存在していた場合耐摩耗性を劣化させてしまう。

【0034】成形方法については、窒化珪素製焼結体並びにペアリングボールを製造するための方法が適用可能である。従って、通常の成形方法や静水圧成形(CIP)などが適用可能であり、ペアリングボールを製造する際は静水圧成形が好適である。焼結方法についても窒化珪素製焼結体並びにペアリングボールを製造するための方法が適用可能である。従って、常圧焼結、加圧焼結、熱間静水圧プレス(HIP)焼結が適用可能であり、ペアリングボールを製造する際は常圧焼結または加圧焼結を行った後にHIP焼結を行うことが好ましい。以上のような工程を経た後、ペアリングボールとして使用する場合はJIS規格で定められた表面粗さを得るために表面研磨加工を施す。

【0035】

【実施例】(実施例1~4、比較例1~3)導電性付与

粒子粉末の混合

【実施例】(実施例1~4、比較例1~3)導電性付与

粒子粉末として平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ 以下（標準偏差 $1.3\mu\text{m}$ 以下）の炭化珪素粉末、焼結助剤として平均粒径 $0.8\mu\text{m}$ の酸化イットリウム粉末を 5wt\% 、平均粒径 $0.9\mu\text{m}$ の酸化アルミニウム粉末を 4wt\% 、残部平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ の窒化珪素粉末を用意した。これら原料粉末をそれぞれ3分割して混合して3つの混合粉末を得た後に、この3つの混合粉末を混合して混合原料粉末を製造することにより導電性付与粒子粉末が凝集するのを防いだ。この混合原料粉末をCIP法により成形し、不活性雰囲気中 $1600\sim1850^\circ\text{C}$ 常圧焼結、続いて $1600\sim1900^\circ\text{C}$ の温度でHIP焼結を行い表1に示した窒化珪素焼結体を作製した。なお、各実施例はサイズ $3\times3\times10\text{mm}$ の四角柱状の試料とし、さらにJIS規格で認定されたペアリングボールのグレード3に相当する表面研磨加工を施したものとする。このような各実施例に対し、電気抵抗値、3点曲げ強度（室温）、熱伝導率を測定した結果を併せて表1に示した。電気抵抗値は各試料の上下をラップ加工し同一平面上に2ヶ所電極を設置し、室温にてその間の抵抗を絶縁抵抗計で測定した。

	直線距離 $30\mu\text{m}$ 中の導電性付与粒子の数（個）	電気抵抗値（ $\Omega \cdot \text{cm}$ ）	3点曲げ強度（MPa）	熱伝導率（W/m·k）
実施例1	5	5×10^6	1150	43
実施例2	10	6×10^5	1100	48
実施例3	15	2×10^4	1070	52
実施例4	20	7×10^3	1010	58
比較例1	1	10^{10} 以上	1180	27
比較例2	30	20	920	65
比較例3	0	10^{10} 以上	1200	24

【0038】表1から分かる通り、本発明の窒化珪素焼結体は電気抵抗値が $10^7\sim10^2\Omega\cdot\text{cm}$ 、3点曲げ強度は 1000MPa 以上、熱伝導率は $40\text{W/m}\cdot\text{k}$ 以上であることが分かった。また、いずれも直線距離 $30\mu\text{m}$ 上の導電性付与粒子の割合は3~30%の範囲内であった。それに対して、導電性付与粒子の数が少ない比較例1および導電性付与粒子を含有しない比較例3は電気抵抗値がかなり高く、導電性付与粒子の数が多い比較例2は電気抵抗値が小さいものの3点曲げ強度は 1000MPa を下回ってしまった。なお、実施例1~4の窒化珪素焼結体中の導電性付与粒子の最大径は最も大きいもので $2.2\mu\text{m}$ 以下であった。また、凝集部については最大 $10\mu\text{m}$ 以下であった。これは添加した導電性付与粒子粉末同士があまり凝集していないこともしくは凝集していたとしても2~4個程度であることを意味するものである。それに対し、一度に過量に添加した比較例2は凝集部が $20\mu\text{m}$ 以上となっている個所が複数発見されており、強度低下の原因となったと考えられる。

【0039】最大径の測定については、前記4ヶ所の単位面積 $50\mu\text{m}\times50\mu\text{m}$ の拡大写真（2000倍）を用い、その中で最も大きなものを最大径とした。そのため、導電

【0036】熱伝導率がレーザーフレッシュ法により測定した。なお、各測定値において、本実施例では便宜的に試料形状を四角柱状としたが、例えば真球状のペアリングボールについて各特性を測定する場合でも同様にラップ加工を施すことにより対応可能である。また、各窒化珪素焼結体中の直線距離 $30\mu\text{m}$ 中の導電性付与粒子の数の測定は、各焼結体の表面2ヶ所、断面2ヶ所合計4ヶ所を任意（単位面積 $50\mu\text{m}\times50\mu\text{m}$ に相当する任意の面積）に選び、各測定個所の拡大写真に対して直線距離 $30\mu\text{m}$ に相当する線径 0.5mm の直線を引きその線に接触する導電性付与粒子の数を測定し該4ヶ所の平均値で示した。比較のために直線距離 $30\mu\text{m}$ 中の導電性付与粒子の量を本発明より少ないものを比較例1、一度に過量添加したものを比較例2として用意した。また、導電性付与粒子を添加しないこと以外は実施例と同様の窒化珪素焼結体を比較例3とした。

【0037】

【表1】

性付与粒子の最大径が $2.2\mu\text{m}$ 以下であったとしても全ての導電性付与粒子の大きさが $2.2\mu\text{m}$ になっているわけではないことは説明しておく。

【0040】このような電気抵抗値等の特性を持つ窒化珪素焼結体は後述するハードディスクドライブ等の電子機器用ペアリングボールに用いると静電気による不具合を無くすことが可能となる。

【0041】（実施例5~8、比較例4~6）次に、実施例1~4および比較例1~3の窒化珪素と同じものを用い直径 2mm のペアリングボールを作製した。なお、各

ペアリングボールは表面研磨をグレード3のものとした。各ペアリングボールをハードディスクドライブを回転駆動させるためのスピンドルモータのペアリング部材に組込んだ。なお、他のペアリング部材として、軸受鋼SUJ2製の回転軸部並びにボール受け部を用いた。該モータを回転速度 $8,000\text{rpm}$ で200時間連続稼動させたときの静電気による不具合の有無を調べた。静電気による不具合とは、200時間の連続稼動後にハードディスクドライブが通常通り可動するか否かにより判定した。その結果を表2に示す。

【0042】

【表2】

	空化珪素焼結体	静電気による不具合の有無
実施例5	実施例1	なし
実施例6	実施例2	なし
実施例7	実施例3	なし
実施例8	実施例4	なし
比較例4	比較例1	あり
比較例5	比較例2	なし
比較例6	比較例3	あり

【0043】表2から分かる通り、本実施例にかかるべアリングボールを用いたものは静電気による不具合がないことが分かった。それに対し、比較例4および比較例6は電気抵抗値が本発明より非常に高いことから静電気による不具合を発祥してしまった。また、比較例5は静電気による不具合は発生しなかったが、ベアリングボールの強度が不十分であることから200時間後のベアリングボールには若干の破損が確認され、あまり長時間の稼動には向かないことが確認された。

【0044】(実施例9～13、参考例1～3)次に、実施例1と同様の組成を用い、直線距離30μm中の導電性付与粒子が8～13個のベアリングボール(直径2mm、表面粗さグレード3)を作製した。各ベアリングボールを作製するにあたり、導電性付与粒子である炭化珪素粉末の最大径を0.3～4μmの範囲で変えることにより、直線距離30μm中の導電性付与粒子の割合を変えた。また、参考例1として炭化珪素粉末の最大径を0.3～4μmのものを用い直線距離30μm中の導電性付与粒子の割合を50%にした以外は同じもの(直線距離30μm中の導電性付与粒子が8～13個)を用意した。参考例2として炭化珪素粉末の最大径を10μmのものを含有させた以外は同じもの(直線距離30μm中の導電性付与粒子が8～13個)を作製した。参考例3として炭化珪素粒子の最大径が0.05μm以下と微細なものに変えた以外は同じのもの(直線距離30μm中の導電性付与粒子が8～13個)を用意した。

【0045】このようなベアリングボールに対し、圧碎強度、転がり寿命を測定した。圧碎強度は旧JIS規格B1501に準じた測定法により、インストロン型試験機で圧縮加重をかけ、破壊時の荷重を測定することにより対応した。転がり寿命に関しては、スラスト型軸受試験機を用い、相手材としてSUJ2鋼製の平板上を回転させる方法で荷重は一球あたり最大接触応力5.9GPa、回転数1200rpm、ターピン油の油浴潤滑条件下で最高400時間まで行いベアリングボールの表面が剥離するまでの時間を測定した。その結果を表3に示す。

【0046】

【表3】

	直線距離30μm上の導電性付与粒子の割合(%)	圧碎強度(MPa)	転がり寿命(h)
実施例8	4	250	400以上
実施例10	10	230	400以上
実施例11	15	215	400以上
実施例12	20	200	400以上
実施例13	28	180	400以上
参考例1	50	110	200
参考例2	40	130	250
参考例3	1	260	350

【0047】表3から分かる通り、本実施例にかかるべアリングボールにおいて直線距離30μm上の導電性付与粒子の割合が3～30%の範囲のものは優れた転がり寿命を示すことが分かった。それに対し、参考例1のように直線距離30μm上の導電性付与粒子の数が本発明の範囲内であっても割合が30%を超えて50%程度になると摺動特性は劣化することが分かった。これは、結果として窒化珪素マトリックス中に導電性付与粒子が多くなりすぎてしまい窒化珪素焼結体の持つ摺動特性の良さをいかせなくなってしまったためであると言える。

【0048】また、参考例2のように導電性付与粒子が多く過ぎても割合が30%を超えると転がり寿命は劣化する。一方、導電性付与粒子が小さい参考例3は圧碎強度は強いものの摺動特性は劣化してしまった。これは導電性付与粒子が小さすぎるため摺動中に脱粒現象が起きていたためである。なお、本実施例のベアリングボールは圧碎強度については180～250MPa程度が得られることが分かった。

【0049】(実施例14～15、参考例4)導電性付与粒子粉末として平均粒径1.2μm以下(標準偏差1.5μm以下)の炭化珪素粉末、焼結助剤として平均粒径1.5μm以下の酸化イットリウム粉末を5wt%、平均粒径0.8μm以下の酸化アルミニウム粉末を3wt%、残部を平均粒径0.5μmの窒化珪素粉末を用意した。まず、実施例14として窒化珪素粉末と焼結助剤粉末を混合し、所定量の炭化珪素粉末を3回に分割して1時間間隔を空けて添加混合することにより混合原料粉末を作製した。実施例15として、各原料粉末を3分割し、それぞれ混合した後、全体を混ぜ合わせた混合原料粉末を用意した。参考例4として、一度に全ての原料粉末を混合した混合原料粉末を用意した。

【0050】この各混合原料粉末をCIP法により成形し、不活性雰囲気中1740℃常圧焼結、続いて1000気圧1700℃でHIP焼結を行い直径2mmの窒化珪素製ベアリングボールおよび3×3×10mmの四角柱状の試料を作製した。このとき、直線距離30μmにおける導電性付与粒子の数を5～20個に統一すると共に、各ベアリングボール中の導電性付与粒子の凝集の最大径を確認した。さらに、3点曲げ強度、転がり寿命を前述の実施例と同様の方法を用いて測定した。なお、凝集部の最大径は任意の

50 μm × 50 μm を 4ヶ所測定し、その中にあつた最も大きな凝集部の最大径を示した。その結果を表4に示す。

【0051】

【表4】

	導電性付与粒子の凝集部の最大径(μm)	3点曲げ強度(MPa)	転がり寿命(h)
実施例14	10以下	1100	400以上
実施例15	10以下	1100	400以上
参考例4	20~30	1010	370

【0052】表4から分かる通り、実施例14または実施例15のように導電性付与粒子同士の凝集を防いだものは、導電性付与粒子同士の凝集部の最大径を10 μm 以下に抑えることができた。それに対し、参考例4では導電性付与粒子の凝集部が20~30 μmと大きな凝集部ができてしまった。このような窒化珪素焼結体では、強度が低下すると共に転がり寿命も低下してしまった。これは導電性付与粒子の凝集部が大きすぎるため凝集部が破壊起点になってしまったためであると考えられる。言い換えると、直線30 μm中の導電性付与粒子の数が本発明の範囲内であっても導電性付与粒子同士の凝集部の最大径が10 μmを超えるようなものは、ペアリングボールに適したものとは言えないと言える。

【0053】(実施例16~25) 次に、導電性付与粒子を表5にある材質に変える以外は実施例2と同一の窒化珪素焼結体を作製した。作製した各窒化珪素焼結体に対し、実施例2と同様の測定を行った。

【0054】

【表5】

実施例	導電性付与粒子の材質	電気抵抗値(Ω・cm)	3点曲げ強度(MPa)	熱伝導率(W/m·k)
16	TiC	3×10 ⁶	1120	54
17	NbC	3×10 ⁶	1120	52
18	HfC	4×10 ⁶	1150	55
19	WC	5×10 ⁶	1140	50
20	Mo ₂ C	7×10 ⁶	1100	48
21	TaC	5×10 ⁶	1110	49
22	Cr ₃ C ₂	8×10 ⁶	1090	47
23	ZrC	8×10 ⁶	1100	50
24	Mn ₃ C	8×10 ⁶	1080	46
25	B ₄ C	8×10 ⁶	1080	55

フロントページの続き

(72)発明者 小松 通泰

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

【0055】表5から分かる通り、導電性付与粒子の材質を変えたとしても電気抵抗値、3点曲げ強度、熱伝導率はいずれもすぐれた特性を示すことが分かった。

【0056】(実施例26~41) 実施例16~25の窒化珪素焼結体を用いた以外は実施例10と同じペアリングボールを作製し、実施例10と同様の方法により圧碎強度および転がり寿命特性を測定した。測定した結果、いずれのペアリングボールも圧碎強度は210MPa以上、転がり寿命は400時間以上と優れた特性を示すことが分かった。以上のことから本発明の窒化珪素および摺動部材においては導電性付与粒子の材質を変えたとしても優れた特性を示すと言える。

【0057】

【発明の効果】以上のように本発明の窒化珪素焼結体は、直線距離30 μmにおける導電性付与粒子の数を特定することにより、所定の電気抵抗値を有するためハードディスクドライブ等の電子機器の摺動部材、例えば回転駆動させるためのモータに搭載するペアリング部材のペアリングボールに用いた場合、回転駆動に伴う静電気の帯電を防止することが可能となる。また、導電性付与粒子として炭化物等を用いることにより焼結体自体の熱伝導率を向上させることができるために回転駆動に伴う摩擦熱を効率よく放熱することも可能となることから、回転速度が8000rpm以上、さらには10000rpm以上と高速回転を行ったとしても効率よく放熱できる。さらに、導電性付与粒子同士の凝集を防ぐことにより摺動特性等を向上させることができる。このような形態にすれば窒化珪素焼結体からなるペアリングボールは窒化珪素が持つ摺動特性のよさを必要以上に低減せずに済み、ハードディスクドライブなどの電子機器に用いた場合、静電気による不具合を低減することが可能となる。

(72)発明者 福田 悅幸

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 篠澤 和弘
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株
式会社東芝横浜事業所内
(72)発明者 矢部 久雄
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株
式会社東芝横浜事業所内

F ターム(参考) 3J101 AA02 BA10
4G001 BA03 BA09 BA22 BA23 BA24
BA25 BA26 BA32 BB03 BB09
BB22 BB23 BB24 BB25 BB26
BB32 BD03 BD12 BD13 BD14
BD22 BE22